# PATENT COOPERATION TH. ATY

	From the INTERNATIONAL BUREAU
PCT	То:
NOTIFICATION OF ELECTION  (PCT Rule 61.2)	United States Patent and Trademark Office (Box PCT) Crystal Plaza 2 Washington, DC 20231 ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE
Date of mailing (day/month/year) 02 November 1998 (02.11.98)	in its capacity as elected Office
International application No. PCT/DE98/00630	Applicant's or agent's file reference 98 168 (4)
International filing date (day/month/year) 04 March 1998 (04.03.98)	Priority date (day/month/year) 13 March 1997 (13.03.97)
Applicant  RETTENMAIER, Josef, Otto	<i>y</i>
1. The designated Office is hereby notified of its election made.	y Examining Authority on: 98 (01.10.98)  national Bureau on:
The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer  N. Lindner

Telephone No.: (41-22) 338.83.38

Form PCT/IB/331 (July 1992)

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

2313455



# **PCT**

#### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 98 168 (4)	F	iehe Mitteilung über di Recherchenberichts (F utreffend, nachstehen	e Übermitlung des internationalen ormblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit der Punkt 5
Internationales Aktenzeichen	Internationales Anmelded	datum	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)
PCT/DE 98/00630	(Tag/Monat/Jahr) 04/03/199	98	13/03/1997
Anmelder	<u> </u>	<u> </u>	
HERZOG, Stefan et al.			
Dieser internationale Recherchenbericht wurd Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Int	e von der Internationalen F ernationalen Büro übermitt	Recherchenbehörde er elt.	stellt und wird dem Anmelder gemäß
Dieser internationale Recherchenbericht umfa  X Darüber hinaus liegt ihm jeweils ei		Blätter. richt genannten Unterl	agen zum Stand der Technik bei.
Bestimmte Ansprüche haben sie	ch als nichtrecherchierba	ı <b>r erwlesen</b> (siehe Fele	d I).
2. Mangelnde Einheitlichkeit der E	findung(siehe Feld II).		
In der internationalen Anmeldung i Recherche wurde auf der Grundlag	st <b>ein Protokoll elner Nuc</b> ge des Sequenzprotokolls d	leotid- und/oder Ami durchgeführt,	nosäuresequenz offenbart; die internationale
das zu	sammen mit der internatior	nalen Anmeldung eing	ereicht wurde.
das vo	m Anmelder getrennt von o		
L	dem jedoch keine Erklän Offenbarungsgehalt der	ung beigefügt war, daf internationalen Anmek	3 der Inhalt des Protokolls nicht über den dung in der eingereichten Fassung hinausgeht.
das v	on der Internationalen Rech	nerchenbehörde in die	ordnungsgemäße Form übertragen wurde.
4. Hinsichtlich der Bezelchnung der Erfinde	ıng		
X wird de	er vom Anmelder eingereicl	hte Wortlaut genehmig	ıt.
wurde	der Wortlaut von der Behö	rde wie folgt festgeset:	zt.
-			
Hinsichtlich der Zusammenfassung			
X wird de	er vom Anmelder eingereicl	hte Wortlaut genehmig	t.
festge	setzt. Der Anmelder kann d	ler Internationalen Rec	gegebenen Fassung von dieser Behörde herchenbehörde innerhalb eines Monats nach herchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.
6. Folgende Abbildung der Zeichnungen ist	mit der Zusammenfassung	zu veröffentlichen:	
Abb. Nr wie vo	m Anmelder vorgeschlager	1	X keine der Abb.
weil de	er Anmelder selbst keine Ab	bildung vorgeschlage	n hat.
weil di	ese Abbildung die Erfindun	g besser kennzeichne	l.
	,		

41 20

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nternationales Aktenzeichen
PCT/DE 98/00630

#### A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 B01D39/04 C12H1/07

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

#### **B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole )  $IPK \ 6 \qquad B01D \qquad C12H$ 

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	FR 534 288 A (A.PANSERA) 23. März 1922 siehe das ganze Dokument	1-4,6,9, 20,21, 23,36-39
A	FR 1 602 293 A (A.O.DEL GAMBA) 11. Dezember 1970 siehe das ganze Dokument	1-4,38, 39
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 17, no. 388, 21. Juli 1993 & JP 05 068878 A (KOICHI ARAI ET AL.), 23. März 1993 siehe Zusammenfassung	1-4,9, 18,19,40

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie
<ul> <li>Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen:</li> <li>A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</li> <li>E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</li> <li>L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhalt erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</li> <li>Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</li> <li>PVeröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlichtworden ist</li> </ul>	<ul> <li>*T* Spätere Veröffentlichung, die nach deminternationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</li> <li>*X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</li> <li>*Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung miteiner oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</li> <li>*&amp;* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</li> </ul>
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 7. Juli 1998	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 28/07/1998
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Bertram, H

ar 9h

·

.

.

.

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nternationales Aktenzeichen
PCT/DE 98/00630

.(Fortsetz	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	· <del>- · ·</del>
ategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 5, no. 89 (C-58) '761! , 10. Juni 1981 & JP 56 033018 A (TAKEDAYAKUUUHIN KOGYO K.K.), 3. April 1981 siehe Zusammenfassung	1,4, 10-12, 38,40,42
A	DE 29 15 677 A (DAICEL LTD.) 6. November 1980 siehe Seite 3 - Seite 6	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1, no. 29 (C-76) '1668! , 28. März 1977 & JP 51 151269 A (KOGI KENKYUSHO K.K.), 25. Dezember 1976 siehe Zusammenfassung	1,2,5,6, 24,36, 37,40
		-

S = 20

·

.

## INTERNATIONALE RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichur die zur selben Patentfamilie gehören

rtemationales Aktenzeichen PCT/DE 98/00630

	Im Recherchenberich angeführtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der · Veröffentlichung
ļ	FR 534288	Α	23-03-1922	KEINE	
	FR 1602293	Α	02-11-1970	US 3563156 A	16-02-1971
	DE 2915677	Α	06-11-1980	KEINE	

4.0

•

.

.

# PATENT COOPERATION TREATY PCT Translation PCT (PCT Article 36 and Rule 70)





$() () \supset 0$	101		
Applicant's or agent's file reference 98 168	FOR FURTHER AC		cation of Transmittal of International Examination Report (Form PCT/IPEA/416)
International application No.	International filing dat	e (day/month/year)	Priority date (day/month/year)
PCT/DE98/00630	04 March 1998	3 (04.03.1998)	13 March 1997 (13.03.1997)
International Patent Classification (IPC) or n B01D 39/04	ational classification and	d IPC	
Applicant	HERZOO	G, Stefan	
This international preliminary example Authority and is transmitted to the a	mination report has be	en prepared by this ticle 36.	International Preliminary Examining
2. This REPORT consists of a total of	6sheets,	including this cover s	sheet.
This report is also accompare been amended and are the been Rule 70.16 and Section	asis for this report and/o	r sheets containing re	tion, claims and/or drawings which have ectifications made before this Authority the FCT).
These annexes consist of a t	total of 13 s	sheets.	
3. This report contains indications rela	ting to the following iter	ms:	
I Basis of the report	:		
II Priority			
III Non-establishment	t of opinion with regard	to novelty, inventive	step and industrial applicability
IV Lack of unity of in	nvention		
V Reasoned statemer citations and expla	nt under Article 35(2) wanations supporting such	ith regard to novelty, statement	inventive step or industrial applicability;
VI Certain documents	s cited		
VII Certain defects in	the international applica	tion	
VIII Certain observatio	ons on the international a	pplication	
Date of submission of the demand		Date of completion	of this report
01 October 1998 (01.10	).1998)	11	June 1999 (11.06.1999)
Name and mailing address of the IPEA/EP		Authorized officer	

Telephone No. 49-89-2399-0

European Patent Office D-80298 Munich, Germany

Facsimile No. 49-89-2399-4465

1			_
			•
			1

International application No.

RNATIONAL I	PRELIMINAI	RY EXAMI	NATION REPORT	PCT/DE98/00630
e report				
has been drawn of the 14 are referred to	on the basis of (in this report as	Replacement she "originally filed	eets which have been furnished to I" and are not annexed to the re	the receiving Office in response to an invitation eport since they do not contain amendments.):
the international	application as o	originally filed	l.	
the description,				
				28 September 1998 (28.09.1998)
				•
the claims,				
				e 19,
	Nos	1-35	, filed with the letter of	28 September 1998 (28.09.1998)
	Nos		, filed with the letter of	
the drawings,				
	sheets/fig		, filed with the demand,	
	sheets/fig		, filed with the letter of	
	cheets/fig		filed with the letter of	
ments have result	ed in the cancell	lation of:		
the description,	pages			
the claims,	Nos.	36-42	_	
the drawings,	sheets/fig		_	
beyond the discle	osure as filed, as	(some of) the a	amendments had not been mad the Supplemental Box (Rule 7	de, since they have been considered (0.2(c)).
	the claims, the drawings, the description, the drawings, the drawings, the drawings, the drawings, the drawings,	the international application as of the international application as of the description, pages	thas been drawn on the basis of (Replacement shale 14 are referred to in this report as "originally filed the international application as originally filed the description, pages	the sbeen drawn on the basis of (Replacement sheets which have been furnished to the 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the referred to in this report as "originally filed."  the international application as originally filed.  the description, pages



#### INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No. PCT/DE 98/00630

Reasoned statement under Article 3 citations and explanations supporting	5(2) with regard to novelty, ng such statement	inventive step or industrial appl	icability;
Statement			
Novelty (N)	Claims		YES
	Claims	1-3	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
,	Claims	1-35	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-35	YES
	Claims		NO

#### 2. Citations and explanations

1. DE-A-2 351 125 (D1) concerns an adsorption means (i.e., a product used for a certain purpose, i.e., to adsorb) made of small-sized wood particles, especially in the form of sawdust, which are subjected to a treatment with a diluted alkaline solution at ambient temperature and ambient pressure. The exposure time of the treatment can be 30, 100, or 1,000 minutes.

Present Claim 1 concerns an ancillary filtering agent (i.e., a product with the purpose of being used as an ancillary filtering agent) with the same product features as the product according to D1. The applicant does not contest this last statement.

The novelty of Claim 1 would not be destroyed by the product according to D1 if it were to correspond prima facie to the product defined in the claim but in such a way that it would be unsuitable for the cited use. This, however, is presently not the case since the product known from D1 is actually formed in such a way that it is suitable for the indicated use, even if it has never been described for this purpose. Both products are used for the filtration of liquids.



The present Claim 1 lacks any other features that could differentiate the ancillary filtering agent from the adsorption means according to D1 in an essential way.

The subject matter of present Claim 1 is therefore not novel (PCT Article 33(2)).

2. Furthermore, the lack of inventive step (PCT Article 33(3)) is addressed:

An ancillary filtering agent results from FR-A-534 288 (D2), said filtering agent being used to remove the organoleptically active substances together with a diluted tartaric acid. It is assumed that the treatment occurs at ambient temperature and ambient pressure. The ancillary filtering agent known from D2 is used for the filtration of wine.

The present application differs from the known ancillary filtering agent only in that instead of subjecting the agent to treatment with a diluted acid, it is subjected to treatment with a diluted alkaline solution to reach the same goal.

DE-A-29 15 577 (D3), however, concerns a filtering agent that is produced by means of an alkaline treatment of raw linter fibers. The filtering agent is used in a filtering step in the production of tastesensitive food products (sake, wine, beer, etc.).

It is therefore possible for a person skilled in the art to also apply the feature known from D3 to the ancillary filtering agent according to D2 with the corresponding effect and to achieve the subject matter according to Claim 1 in this way without involving an

Ţ				-
				l.
-				



inventive step.

The subject matter of Claim 1, therefore, does not involve an inventive step (PCT Article 33(3)).

The same applies to independent Claims 15 and 29.

Lastly, the document DE-A-41 10 252 (D4) cited by the applicant is addressed. This document mentions wood dust (column 1, lines 30-32) as a possible ancillary filtering agent for the treatment of drinks and other liquids, as well as the treatment of ancillary filtering agents with a diluted acid or with a diluted alkaline solution at temperatures below 100°C (column 6, line 62, to column 7, line 1) in order to again dissolve away remaining "organoleptically active" substances.

The treatment with a diluted alkaline solution is therefore just as effective as a treatment with a diluted acid and these features can be freely interchanged when this should seem desirable. This document confirms the transferability of the feature known from D3 (treatment with an alkaline solution) to the ancillary filtering agent known from D2.

3. Mixtures of organic and non-organic ancillary filtering agents are known from D4 as well as also from the search report citations JP-A-56 033 018 and JP-A-7 328 353 and the document EP-A-O 747 104 incorporated into the description.

The features of the dependent claims are also lacking the necessary inventive step since they either are also known from the cited prior art or only concern measures

*			•
			l



)

International application No. PCT/DE 98/00630

١	that lie in the scope of what a person routinely does
ļ	on the basis of familiar considerations to achieve the
١	stated object, without involving an inventive step.
l	
ļ	
1	



#### INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No. PCT/DE 98/00630

VII. Certain defects in the international application

)

The following defects in the form or contents of the international application have been noted:

1. In Trial 1, a wood fiber dust with a particle range of 70-150 µm is treated, wherein the retention time is at least 16 hours. This particle range is not in line with the preferred particle size of 0.1-1.0 mm (100-1,000 µm) indicated on page 9, lines 12-14, and in Claim 25. A retention time of at least 16 hours also contradicts the preferred exposure time of 5 to 120 minutes given on page 9, lines 5-6 and in Claim 22.

The particle range of Trial 2 is also not in line with the particle size preferred in the application.

Form PCT/IPEA/409 (Box VII) (January 1994)



VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM
GEBIET DES PATENTWESENS

# **PCT**

REC'D 1 5 JUN 1999

WIPO PCT

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERIC

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeiche	n des Anmelders oder Anwalts	WEITERES VORGEHEN	siehe Mitteil	ung über die Übersendung des internationalen Prüfungsbericht (Formblatt PCT/IPEA/416)
98 168				
International	es Aktenzeichen	Internationales Anmeldedatum(Ta	g/Monat/Jahr)	
PCT/DE98		04/03/1998		13/03/1997
International B01D39/0	e Patentklassification (IPK) oder 4	nationale Klassifikation und IPK		
Anmelder				
HERZOG	, Stefan et al.			
1. Dieser Behöre	internationale vorläufige Prüde erstellt und wird dem Anm	ifungsbericht wurde von der mit elder gemäß Artikel 36 übermitt	der internation	onale vorläufigen Prüfung beauftragte
2. Diesei	BERICHT umfaßt insgesam	t 6 Blätter einschließlich dieses	Deckblatts.	
ur B	ومعرفاه ومسوري والمراجع والمراج	ändert wurden und diesem Beric ichtigungen (siehe Regel 70.16	tht zuarunge	itter mit Beschreibungen, Ansprüchen liegen, und/oder Blätter mit vor dieser tt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT)
3. Diese	r Bericht enthält Angaben zu  ☑ Grundlage des Bericht			
11	☐ Priorität			
111			derische Tät	igkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
IV	Mangelnde Einheitlich	keit der Erfindung		Tätiekeit und der
V	gewerbliche Anwendb	arkeit; Unterlagen und Erklarung	n der Neuher gen zur Stütz	i, der erfinderische Tätigkeit und der rung dieser Feststellung
VI	Bestimmte angeführte			
VII		r internationalen Anmeldung		
VIII	U Bestimmte Bemerkung	gen zur internationalen Anmeldu	my	
Datum der 01/10/19	Einreichung des Antrags	Datum	der Fertigstell	ung dieses Berichts
	Postanschrift der mit der internati auftragten Behörde: Europäisches Patentamt	onalen vorläufigen Bevolli	mächtigter Bed	diensteter
	D-80298 München		nboom, A	

Tel. Nr. (+49-89) 2399 8616



		•
		•

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE98/00630

I. Grundlag	ıe des	Berichts
-------------	--------	----------

1. Dieser Bericht wurde erstellt auf der Grundlage (Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten.):

	nıcn	t peigelugt, well si	e keille Allaeit	ingen	ermanor.,				
	Bes	chreibung, Seiter	n:						
	1-3,	11-14	ursprüngliche	Fassı	ung			•	
	4,6-	8,10	eingegangen	am	•	01/10/1998	mit Schreiben vom	28/09/1998	
	5,5a	1,9	eingegangen	am	;	30/04/1999	mit Schreiben vom	30/04/1999	
	Pate	entansprüche, Nr	<b>.:</b>						
	1-35	5	eingegangen	am		01/10/1998	mit Schreiben vom	28/09/1998	
2.	Auf	grund der Änderun	gen sind folge	nde Ur	nterlagen for	tgefallen:			
		Beschreibung,	Seiten:						
	$\boxtimes$	Ansprüche,	Nr.:	3	36-42				
		Zeichnungen,	Blatt:						
3.	Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)):							n	
4.	Etw	aige zusätzliche B	emerkungen:						
٧.	Beç gev	gründete Feststel verblichen Anwer	lung nach Art ndbarkeit; Unt	ikel 35 terlage	5(2) hinsicht en und Erklä	lich der Ned irungen zur	uheit, der erfinderisc Stützung dieser Fes	hen Tätigkeit und tstellung	d r
1.	Fes	ststellung							
	Neu	uheit (N)		Ja: Nein:	Ansprüche Ansprüche	1-3			
	Erfi	nderische Tätigkei	t (ET)	Ja: Nein:	Ansprüche Ansprüche	1-35			
	Ge	werbliche Anwendl	barkeit (GA)	Ja: Nein:	Ansprüche Ansprüche	1-35			

			u

 Unterlagen und Erklärungen siehe Beiblatt

# VII. Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung

Es wurde festgestellt, daß die internationale Anmeldung nach Form oder Inhalt folgende Mängel aufweist: siehe Beiblatt



•				
				•
				u

#### Zu Punkt V:

Die DE-A-2.351.125 (D1) betrifft ein Adsorptionsmittel (d.h. ein *Produkt* für einen bestimmten Verwendungszweck, nämlich Adsorption) aus kleinteiligen Holzpartikeln, insbesondere in Form von Sägespänen, welche bei Umgebungstemperatur und -druck einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind. Die Einwirkungsdauer der Behandlung kann bei 30, 100 bzw. 1000 min liegen.

Vorliegender Anspruch 1 bezieht sich auf ein Filterhilfsmittel (d.h. ein *Produkt* mit dem Verwendungszweck Filterhilfsmittel) mit den gleichen Produktmerkmalen des Produkts der D1. Letztes wird nicht vom Anmelder bestritten.

Die Neuheit des Anspruchs 1 wäre nicht durch das Produkt der D1 beeinträchtigt, wenn es zwar *prima facie* dem im Anspruch definierten Produkt entspricht, jedoch dergestait ist, daß es für die angegebene Verwendung ungeeignet wäre. Allerdings ist das hier <u>nicht</u> der Fall, da das aus D1 bekannte Produkt tatsächlich derart gestaltet ist, daß es für die angegebene Verwendung eignet, auch wenn es für diesen Zweck nie zuvor beschrieben worden ist. Beide Produkte werden für die Filtration von Flüssigkeiten eingesetzt.

Im vorliegenden Anspruch 1 fehlen weitere Merkmalen, die das Filterhilfsmittel in irgendeiner Weise wesentlich vom Adsorptionsmittel der D1 unterscheiden könnten.

Der Gegenstand des gültigen Anspruchs 1 ist daher nicht neu (Art.33(2) PCT).

2. Weiterhin wird auf die mangelnde erfinderische Tätigkeit (Art.33(3) PCT) hingewiesen:

Aus der FR-A-534.288 (D2) geht ein Filterhilfsmittel aus Holzwolle hervor, welche zur Entfernung der "sensorisch wirksamen" Stoffe mit einer verdünnten Weinsäure behandelt wird. Es wird angenommen, daß die Behandlung bei Umgebungstemperatur und -druck stattfindet. Das aus D2 bekannte Filterhilfsmittel wird für die Filtration von Wein eingesetzt.

		-
		ų.

Von diesem bekannten Filterhilfsmitttel unterscheidet sich das der vorliegenden Anmeldung nur dadurch, daß es zum gleichen Zweck anstatt einer Behandlung mit verdünnter Säure einer Behandlung mit verdünnter Lauge untergezogen wird.

Dagegen bezieht sich die DE-A-29.15.577 (D3) auf ein Filtermittel, das durch eine alkalische Behandlung von rohen Linterfasern hergestellt wird. Das Filtermittel wird in einem Filtrierschritt bei der Herstellung von gesmacksempfindlichen Nahrungsmitteln (Sake, Wein, Bier, u.a) verwendet.

Für den Fachmann wäre es daher möglich, das aus der D3 bekannte Merkmal ohne weiteres auch bei dem Filterhilfsmittel gemäß D2 mit entsprechender Wirkung anzuwenden und auf diese Weise ohne erfinderisches Zutun zu dem Gegenstand gemäß dem Anspruch 1 zu gelangen.

Der Gegenstand des Anspruchs 1 beruht daher nicht auf einer erfinderischen Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT).

Auf gleiche Weise können die unabhängigen Ansprüche 15 und 29 angegriffen werden.

Letztlich wird noch auf die vom Anmelder genannte DE-A-41.10.252 (D4) verwiesen. Dieses Dokument erwähnt Holzmehl (Spalte 1, Zeilen 30-32) als mögliches Filterhilfsmittel für die Behandlung von Getränken und andere Flüssigkeiten, sowie die Behandlung des Filterhilfsmittels mit verdünnter Säure oder mit verdünnter Lauge bei Temperaturen unter 100°C (Spalte 6, Zeile 62-Spalte 7, Zeile 1) um die zurückgehaltenen "sensorisch wirksamen" Stoffe wieder herauszulösen.

Die Behandlung mit verdünnter Lauge ist deshalb gleichwertig mit einer Behandlung mit verdünnter Säure und diese Merkmale können gegen einander beliebig ausgetauscht werden, wenn es wünschenswert erscheint. Dieses Dokument bestätigt somit die Übertragbarkeit des aus der D3 bekannten Merkmals (Behandlung mit Lauge) auf das aus der D2 bekannte Filterhilfsmittel.

3. Mischungen aus organischen und anorganischen Filterhilfsmitteln sind sowohl aus



			-
•			·
	·		

der D4 als auch aus den im Recherchenbericht erwähnten JP-A-56.033.018, JP-A-7.328.353 und der in die Beschreibung aufgenommenen EP-A-0.747.104 bekannt.

Den Merkmalen der abhängige Ansprüche mangelt es ebenfalls an der notwendigen erfinderischen Tätigkeit, weil diese entweder ebenfalls aus dem genannten Stand der Technik bekannt sind oder nur fachübliche Maßnahmen betreffen, die der Fachmann ohne erfinderisches Zutun, den Umständen entsprechend, auswählen würde, um die entsprechend gestellte Aufgabe zu lösen.

#### Zu Punkt VII:

1. In Probe 1 wird ein Holzfasermehl mit einem Partikelbereich von 70 - 150 μm behandelt, wobei die Retentionszeit mindestens 16 Stunden beträgt. Dieser Partikelbereich ist nicht in Übereinstimmung mit der auf Seite 9, Zeilen 12-14 bzw, Anspruch 25 bevorzugten Partikelgröße von 0,1 - 1,0 mm (100 - 1000 μm). Eine Retentionszeit von mindestens 16 Stunden ist ebenso in Widerspruch mit der auf Seite 9, Zeilen 5-6 bzw, Anspruch 22 bevorzugten Einwirkungsdauer von 5 bis 120 min.

Der Partikelbereich der Probe 2 ist ebenfalls nicht im Einklang mit der in der Anmeldung bevorzugten Partikelgröße.

			-
			i.

Kieselgur in Industrieländern zunehmend kritischer wird. Eine Einstufung als Sondermüll erschwert die Deponierung erheblich. Mit der Einführung der neuen TA Siedlungsabfall verschärft sich die Entsorgungssituation für Kieselgur weiter. In vielen Fällen verursacht die Entsorgung von als Filterhilfsmittel gebrauchter Kieselgur bereits Kosten von ca. 600,00 DM pro t Kieselgur, wenn diese in der Bierfiltration eingesetzt wurde bzw. 1500,00 pro t Kieselgur, wenn diese bei der technischen Filtration von Problemstoffen verwendet wurde.

Ausgehend von diesen drängenden Problemen insbesondere auch auf dem Gebiet der Bierfiltration liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein wirksames und wirtschaflich bereitstellbares Filterhilfsmittel zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

Es sollen sensorisch, also farblich, geruchlich und/oder geschmacklich wirksame Stoffe vor dem Einsatz als Filterhilfsmittel in ausreichendem Maß aus dem Filterhilfsmittel 20 entfernt werden, so daß keiner dieser Stoffe in nennenswertem Umfang in das Filtrat übergehen und dessen sensorische Eigenschaften beeinträchtigen kann. Die Partikel werden gewissermaβen sensorisch ausreichend neutralisiert, um als Filterhilfsmittel dienen zu können. Dabei ist wesentlich, daß die Behand-25 lung nur gerade soweit getrieben wird, wie es für diesen Zweck erforderlich ist. Der Energie- und Chemikalieneinsatz bleibt in einem vertretbaren Rahmen, sodaß das Produkt wirtschaftlich mit Kieselgur konkurrieren kann. Die Einwirkung ist also nicht so durchgreifend, wie es bei der Herstellung von Cellulose aus 30 Holzfasern der Fall ist. Überraschend wurde gefunden, daß durch eine Flüssigkeitsbehandlung eine ausreichende Neutralisierung der Partikel in sensorischer Hinsicht erreicht werden kann, ohne daß es gleichzeitig anzuwendender hoher Drücke und Temperaturen, großer Mengen scharfer Chemikalien und vielstündiger 35 bis tagelanger Behandlungszeiten bedarf. Durch die Erfindung wird gewissermaßen den Holzpartikeln ein erweitertes Anwen-



		-
		٠
	-	

5

10

15

20

€<sub>25</sub>

30

35

dungsgebiet eröffnet, ohne da $\beta$  es des Aufwandes wie bei der Celluloseherstellung bedarf.

Ausgangspunkt und bevorzugtes Anwendungsgebiet für die Erfindung ist zwar die Bier- und Getränkefiltration, wo es um die Schaffung eines Kieselgurersatzstoffes geht, doch ist die Erfindung nicht auf diesen Anwendungsbereich beschränkt.

Zwar ist aus der DE 23 51 125 Al bekannt, zum Extrahieren von Metallen bzw. Metallionen aus Lösungen ein Adsorptionsmittel einzusetzen, welches durch Inberührungbringen u.a. von Holz-Sägespänen mit einer Lösung eines Hydroxids eines Alkali- oder Erdalkalimetalls gewonnen ist. Hierbei geht es aber um eine Adsorption, d.h. um eine Anlagerung von gelösten Partikeln an die Oberfläche des Adsorptionsmittels, nicht um eine Filtration, d.h. eine Abtrennung aus einer Suspension.

Bei der DE 41 10 252 Cl wird zu Anschwemmung eines Filter-kuchens eine Mischung von Filterhilfsmitteln unterschiedlicher morphologischer und physikalischer Eigenschaften verwendet. die mindestens eine die Dichte des Filterkuchens erhöhende Komponente von spezifisch schweren, chemisch beständigen Metall- und/oder Metalloxid- und/oder Kohlenstoffteilchen faseriger und/oder körniger Struktur und eine weitere Komponente aus Kunststoff- und/oder Cellulosefasern mit einer Faserlänge von 1000 bis 5000 μm und einer Faserdicke von 0,5 bis 100 μm enthalten.

Die Holzpartikel des erfindungsgemäßen Filterhilfsmittels umfassen z.B. Holzfasern (Anspruch 2) oder insbesondere Holzzer-kleinerungsreste (Anspruch 3), also z.B. Sägemehl, Schleifmehl, Holzspäne, Hackspäne, Fräsabfall, Splitterholz und dergleichen.

Die bei der Herstellung der Holzpartikel bei der Erfindung vorgenommene Mahlung bestimmt weitgehend die Filtrationseigenschaften. Bei feiner Mahlung ist in der Regel die Permeabilität der Filterschicht geringer. Durch die Mahlung (Mikronisierung, Fibrillierung) wird zudem die Partikelform beeinflußt, die wiederum den noch zu erläuternden Wasserwert als Maß für die Durchlässigkeit der Filterschicht verändert. Bei fasrigen Celluloseprodukten können diese z.B. mehr oder weniger fibrilliert sein. Die Mahlung kann auch in mehreren Schritten erfolgen, indem sich einer ersten Mahlung zur Herstellung der Partikel eine weitere

			•
			Ŀ
		•	

# 2. Ersatzblatt 5a

Mahlung nach der Behandlung und vor oder nach der Trocknung anschließt.

Die aus Holzpartikeln hergestellten Partikel des Filterhilfsmittels sollen tatsächlich noch Holzcharakter haben, d.h.
es soll nicht praktisch quantitativ das Lignin aus dem Rohstoff
Holz herausgelöst worden sein, wie es bei der Celluloseherstellung im Sulfit- oder Sulfatverfahren durch vielstündige Behandlung unter erhöhtem Druck bei weit über 100° C liegenden Temperaturen geschieht.

.5:

Die Behandlungszeit bei der Erfindung kann relativ kurz sein, z.B. unter zwei Stunden betragen, so daß sie sich um fast eine Größenordnung von der Behandlungszeit bei der Celluloseherstellung unterscheidet. Das Ziel ist die Entfernung nur der Anteile des Holzes, die im Hinblick auf den Verwendungszweck als Filterhilfsmittel unerwünscht sind, d.h. geschmackliche, geruchliche und/oder farbliche Wirkungen im Filtrat ausüben. Es handelt sich hierbei nicht in erster Linie um Lignin, sondern

5

10

( :

15

£ .

		•
		٠

9

30

35

um Verbindungen wie etherische Öle, Terpenöle und Terpenoide, Gerbsäuren, Fette und Wachse, phenolische Substanzen (Lignane, Phenylpropane, Cumarin) Stilbene, Flavonoide und dergleichen, die eine Menge von ca 4 bis 5 Gewichtsprozent des trockenen 5 Holzes ausmachen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verbindungen 💸 durch eine Behandlung mit verdünnten Laugen Säuren schon bei Umgebungstemperaturen unter Atmosphärendruck so weit aus dem Holz herausgelöst oder aber unwirksam gemacht werden können, daß die behandelten Holzpartikel für die praktische Verwendung 10 als Filterhilfsmittel sensorisch hinreichend neutral sind. Es kommt nicht darauf an, daß bei einer scharfen Analyse keinerlei Rückstände der unerwünschten Art mehr festzustellen sind, sondern daß z.B. ein mit dem Filterhilfsmittel gefiltertes Medium bei der sensorischen Prüfung keinen Holzgeschmack oder Holzduft 15 und keine braune Verfärbung erkennen läßt. Die Behandlung kann relativ zu den Behandlungsdauern der Zellstoffherstellung kurzscitig scin.

Ein wichtiges Merkmal bei der Behandlung der Partikel ist ferner, daß die Behandlung auch bei Temperaturen unterhalb 20 100°C und gleichzeitig bei Atmosphärendruck stattfinden kann, was die für die Herstellung des Filterhilfsmittel benötigte Anlage wesentlich vereinfacht.

Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann besonders wirtschaftlich bereitgestellt werden. Die Kosten dürften in der gleichen Größenordnung wie die Kosten für Kieselgur liegen, aber nur etwa ein Drittel der Kosten für Cellulosepulver betragen.

Es scheint auch so zu sein, daß die erfindungsgemäß behandelten Partikel eine oberflächlich zusätzlich aufgerauhte bzw. zerklüftete Struktur erhalten, die die Filtereigenschaften vorteilhaft beeinflußt.

Dem Oberbegriff des Anspruchs 1 liegt die FR-PS 385 035 zugrunde, die für Filterzwecke verwendete Holzfasern zum Gegenstand hat, die zur Vermeidung des Faulens mit einer Permanganatlösung gegebenenfalls unter Zusatz von Säure behandelt sind.

Der JP-A 73 28 353, der DE 41 10 252 C1 und der EP 747 104 A2 ist der Einsatz von Cellulosefasern, also nicht von laugebe-

		٠

handelten Holzpartikeln, in Mischung mit anderen Komponenten als Filterhilfsmittel zu entnehmen.

Aus der FR 534 288 geht ein Filterhilfsmittel für Weine hervor, welches aus gründlich gewaschener und mit 1 %iger Wein-5 säure behandelter Holzwolle besteht.

Gemäß Anspruch 4 kann das Filterhilfsmittel im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthalten, also im wesentlichen einheitlich zusammengesetzt sein.

Es ist aber gemäß Anspruch 5 auch möglich, daß das Filterhilfsmittel mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält, um die Filtrationseigenschaften den Erfordernissen entsprechend einstellen zu können.

Unter dem gleichen Aspekt kann das Filterhilfsmittel mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel (Anspruch 6) und/oder mindestens zwei aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellte Partikel enthalten (Anspruch 7).

Das Filterhilfmittel kann auch andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende Anteile enthalten (Anspruch 8).

Es kann auch eine Mischung mit anderen, d.h. nicht aus Pflanzenfasern bestehenden filteraktiven Anteilen sein (Anspruch 9), auch mit mineralischen Anteilen (Anspruch 10), namentlich mit Kieselgur (Anspruch 11), was die Wirkung hätte, den Kieselguranteil und die damit einhergehenden eingangs erwähnten Probleme zu reduzieren.

Es kommen aber als zusätzliche Bestandteile auch andere 30 mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, in Betracht (Anspruch 12).

Gemäß Anspruch 13 soll die größte mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittel unterhalb 3,0 mm liegen.

Bei faserförmigen Partikeln hingegen soll der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegen (Anspruch 14).

Da die Partikel durch Mahlung hergestellt sind, haben sie keine scharfe Größe, sondern eine Größenverteilung etwa nach einer Gauß'schen Kurve. Die Lage des Maximums dieser Kurve sei hier als größte Partikelabmessung verstanden.



25

			•
			٤

Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann zur Bildung von Anschwemm-Filterschichten in der gleichen Weise eingesetzt werden, wie es bisher bei den mineralischen Filterhilfsmitteln der Fall war.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Verfahren gemäß ...
Anspruch 15 zur Herstellung des Filterhilfsmittels, bei dem die
Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

Ein in Betracht kommender Temperaturbereich bei der Be10 handlung der Partikel ist der Bereich der Umgebungstemperatur,
der zwar keinen Heizenergieaufwand, dafür aber längere Behandlungszeiten erfordert (Anspruch 16).

Ein weiterer praktikabler Bereich mit kürzeren Behandlungszeiten ist 50-100 °C (Anspruch 17).

15

20

25

35

Es kann gemäß Anspruch 18 bei Atmosphärendruck im Temperaturbereich von 70 bis 90 °C gearbeitet werden, was eine gegenüber der Umgebungstemperatur deutlich erhöhte, jedoch unter dem
Siedepunkt liegende Temperatur bedeutet und den Einsatz von
Druckgefäßen erübrigt. Dies führt mit einem Minimum an apparativem und energetischem Aufwand zu einem brauchbaren Filterhilfsmittel.

"Verdünnte Lauge" soll eine wäßrige Lösung mit einem Anteil von 2 bis 10 Gew.- % der trockenen Lauge, bezogen auf den Feststoffgehalt, bedeuten (Anspruch 19).

Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird Natronlauge verwendet (Anspruch 20).

Die Einwirkungsdauer hängt abgesehen von Druck und Temperatur vom Lösungsvermögen der verdünnten Lauge für die unerwünschten Inhaltsstoffe ab. Bei verdünnter Lauge kommen auch keine Einwirkungsdauern im Sekundenbereich in Betracht, sondern solche, die im Vergleich zu den bei der Celluloseherstellung notwendigen mehrstündigen bis tagelangen Einwirkungsdauern kurz sind. Die Einwirkungsdauer ist zum Teil von der Partikelgröße abhängig.

Sie bemißt sich im übrigen danach, daß gerade nur die sensorisch maßgeblichen Stoffe aus den Partikeln, insbesondere den Holzpartikeln entfernt werden sollen. Letzteres Ziel ist

			•
			٤

erreicht, wenn höchstens 10 Gew.-% atro der Holzinhaltsstoffe entfernt werden (Anspruch 21), während es bei der Celluloseherstellung um die Befreiung von meist mehr als 30 % der Holzinhaltsstoffe geht.

Die Einwirkungsdauer kann bei einer Laugenbehandlung insbesondere zwischen 5 und 120 min. liegen (Anspruch 22).

..5 :

Die Stoffdichte, d.h. der Gewichtsanteil der Partikel in der verdünnten Lauge kann bei der Behandlung 5 bis 25 % betragen (Anspruch 23).

Die Partikel können nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden (Anspruch 24).

Die Partikelgröße (Maximum der Korngrößenverteilung) kann während der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm betragen (Anspruch 25).

Da bei einer Mahlung in der Naßphase sich die Kornform ändert, eröffnet sich auf diesem Wege eine Möglichkeit, den Wasserwert einzustellen (Anspruch 26).

Im Einzelfall ist es ohne Aufgabe der sensorischen Unbedenklichkeit möglich, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen, gleichzeitig mit dem Trocknen oder nach dem Trocknen weiterzuzerkleinern (Anspruch 27).

Um im Hinblick auf die Filtereigenschaften eindeutige Verhältnisse zu bekommen, empfiehlt es sich gemäß Anspruch 28, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen zu klassieren

Die Erfindung verkörpert sich auch in der Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer Behandlung mit einer verdünnten Laute unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernt, als Filterhilfsmittel (Anspruch 29), insbesondere wenn die Partikel nach dem Verfahren der Ansprüche 15 bis. 28 behandelt worden sind (Anspruch 30).

Eine in Betracht kommende Verwendung erfolgt insbesondere in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration (Anspruch 31).

Andere Anwendungsfelder der Erfindung sind die Lebensmittelfiltration (Anspruch 32), also z.B. Zuckerlösungen, Speiseöl, Fett, Gelatine, Zitronensäure, Alginat usw., die Filtration

5

10

15

20

<u>-</u> 25

30

35

		-
		L

im Bereich der Chemie (Anspruch 33), also z.B. Chloralkali, im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung (Anspruch 34), also z.B. Kühlschmierstoffe, Walzöle, Schleiföle usw., und im Bereich der Pharmazie und Kosmetik 5 (Anspruch 35).

.5:

Zur Untersuchung der Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Behandlung der Pflanzenfaserpartikel wurden unbehandelte Pflanzenfaserpartikel (Lignocel C 120) mit erfindungsgemäß behandelten Pflanzenfaserpartikeln (Probe Nr. 1; Probe Nr. 2; Probe Nr. 3) verglichen. Die Proben Nr. 1 bis Nr. 3 wurden wie folgt behandelt:

Probe 1: Zur Darstellung der behandelten Pflanzenfaserpartikel wurden in einem Misch- und Aufbereitungsreaktor bei 20°C bis 25°C ohne zusätzliches Temperieren und ohne Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70 - 150 μm), 3700 ml Wasser and 15,9 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 16 Stunden, der pH-Wert der wässrigen Lauge lag nach 16 Stunden unter 11,3.

Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgenuscht, der vorgetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.- % erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenutscht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 70°C heißem Wasser.

 $\frac{20}{30}$  Probe 2 wurde mit heißer Lauge behandelt und kalt nachgewaschen. In einem Misch- und Aufbereitungsreaktor wurde bei Temperaturen über 50°C und unter Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70 - 150  $\mu$ m), 3700 ml Wasser und weniger als

		-
		¥

#### Ersatchian 15

#### Patentansprüche:

- 1. Filterhilfsmittel welches kleinteilige Holzpartikel umfaßt, die einer chemischen Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernenden Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind.
- 2. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daβ die Partikel Holzfasern umfassen.
- 3. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzzerkleinerungsreste umfassen.
- 4. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größenverteilung und Vorbehandlung enthält.
- 5. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei nach unter-



		-
		4

schiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.

- 6. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
- 7. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es Anteile aus mindestens zwei unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellten Partikel enthält.
- 8. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende organische oder anorganische Anteile enthält.
- 9. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es andere filteraktive Anteile enthält.
- 10. Fiterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es andere mineralische Anteile enthält.
- 11. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es Kieselgur enthält.
- 12. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß es Perlite enthält.
- 13. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 3,0 mm liegt.

GEÄNDERTES BLATT

		•

- 14. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß bei faserförmigen Partikeln der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegt.
- 15. Verfahren zur Herstellung des Filterhilfsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der verdünnten Lauge digeriert werden.
- 16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung im Bereich der Umgebungstemperatur liegt.
- 17. Verfahren nach Anspruch 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung 50-100 °C beträgt.
- 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der verdünnten Lauge während der Behandlung 70 bis 90 °C beträgt.
- 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der verdünnten Lauge 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt, beträgt.
- 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daβ als Lauge Natronlauge verwendet wird.
- 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer so bemessen wird, daß höchstens 10 Gew.-% atro der Holzinhaltsstoffe entfernt werden.
- 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer 5 bis 120 min beträgt.



		•
		•
	•	
·		

- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffdichte bei der Behandlung 5 bis 25% beträgt.
- 24. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 23, dadurch st gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden.
- 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikelgröße bei der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm beträgt.
- 26. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine Beeinflussung der Mahlung in der Na $\beta$ phase (Refiner) der Wasserwert eingestellt wird.
- 27. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und vor dem Trocknen, gleichzeitig mit dem Trocknen oder nach dem Trocknen weiter zerkleinert werden.
- 28. Verfahren nach einem der Ansprüche 15 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und dem Trocknen klassiert werden.
- 29. Die Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die bei einer Temperatur unter 100°C und unter Atmosphärendruck einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Holzpartikeln entfernt, als Filterhilfsmittel.
- 30. Die Verwendung von kleinteiligen Holzpartikeln, die nach einem der Ansprüche 15 bis 28 behandelt worden sind, als Filterhilfsmittel.
- 31. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration.



- 32. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 in der Lebensmittelfiltration.
- 33. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Reinigung von Flüssigkeiten in der Chemie.

- 34. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung.
- 35. Die Verwendung nach Anspruch 29 oder 30 im Bereich der Pharmazie und Kosmetik.

			j 6- 1,
·			
		,	



# PCT WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6: (11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/40149 B01D 39/04, C12H 1/07 **A1** (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 17. September 1998 (17.09.98)

PCT/DE98/00630 (21) Internationales Aktenzeichen:

CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, (22) Internationales Anmeldedatum: PT. SE). 4. März 1998 (04.03.98)

DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HERZOG,

13. März 1997 (13.03.97)

Stefan [DE/DE]; Karlstrasse 19, D-80333 München (DE).

(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): RETTENMAIER, Josef, Otto [DE/DE]; Wiesenweg 4, D-73494 Rosenberg (DE).

(74) Anwälte: PALGEN, Peter usw.; Mulvanystrasse 2, D-40239 Düsseldorf (DE).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE,

(54) Title: ANCILLARY FILTERING AGENT

(54) Bezeichnung: FILTERHILFSMITTEL

(57) Abstract

(30) Prioritätsdaten:

197 10 315.4

An ancillary filtering agent comprising small-sized vegetable fiber particles which are subjected to liquid treatment during a set exposure time, whereby the organoleptically active substances are removed from the vegetable fibers.

(57) Zusammenfassung

Das Filterhilfsmittel umfaßt kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.

#### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
ΑT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	
AU	Australien	GA	Gabun	-	•		Senegal
AZ	Aserbaidschan			LV	Lettland	SZ	Swasiland
		GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	• UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen		220000000
CN	China	KR	Republik Korea	PΤ	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumānien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		
					<b>-</b> •		

1

#### Filterhilfsmittel

Die Erfindung bezieht sich auf ein Filterhilfsmittel nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, ein Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung.

Filterhilfsmittel auf Cellulosebasis sind seit langem 5 bekannt ("Ullmanns Encyklopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1951), erster Band, Seiten 492, Stichwort "Verfilzte Schichten" und 493, Stichwort "Filterungshilfsmittel"). Cellulose wird durch einen mehrstufigen chemischen Prozeβ hergestellt, bei dem alle sensorisch wirksamen Stoffe aus dem Rohstoff entfernt werden.

Filterhilfsmittel aus reiner Cellulose finden daher überall dort Anwendung, wo die sensorische Unbedenklichkeit des eingesetzten Filterhilfsmittels von wesentlicher Bedeutung ist. Beispiele für cellulosische Filterhilfsmittel sind: EFC (extraktarme Cellulose), feine Pulvercellulose, feine fibrillierte Cellulose, kationisierte Pulvercellulose, feine MCC (mikrokristalline Cellulose).

Filterhilfsmittel aus unbehandelten Holzfaserstoffen werden dagegen durch mechanische Zerkleinerung, also nur durch physikalische Behandlung hergestellt und können demnach im Verlauf der Filtration Extraktstoffe (Farbe, Geruch, Geschmack) abgeben. Der Einsatz von Filterhilfsmitteln auf Holzfaserbasis ist daher in der Regel auf technische Filtrationen mit geringeren Ansprüchen hinsichtlich der Sensorik beschränkt. Für

5

Filtrationen im Nahrungs- und Genußmittelbereich, aber auch für viele technische Zwecke kommen sie nicht in Betracht, z.B. bei Zuckerlösungen (Glucose, Dextrose, Fructose), Melasse, Färbelösungen, Fetten und Ölen und dgl..

Das schwierige Gebiet der Getränkefiltration erfordert einerseits die vollkommene sensorische Neutralität des eingesetzten Filterhilfsmittels; andererseits ist die Zahl der grundsätzlich einsetzbaren Filterhilfsmittel aus wirtschaftlichen Gründen begrenzt, da die maximalen Aufwendungen für das 10 Filterhilfsmittel vom Preis der in diesem Markt dominierenden mineralischen Filterhilfsmittel festgelegt wird.

Üblicherweise erfolgt die Bierfiltration in zwei Stufen. In der ersten Stufe handelt es sich in der Regel um eine Grobfiltration, bei der die Flüssigkeit meist eine angeschwemmte Schicht eines Filterhilfsmittels passiert. Dieser Stufe ist häufig eine Feinfiltration (Membran, Kieselgur etc.) nachgeschaltet.

Das maßgebliche Filterhilfsmittel für die Anschwemmfiltration auf dem Getränke-, insbesondere Biersektor ist Kiesel-20 gur. Ein hoher Prozentsatz der Weltbierproduktion wird mittels Kieselgurfiltration geklärt. Dies sind derzeit insgesamt mehr als 1,1 Mrd. hl Bier.

Der Gesamtbedarf an Filterhilfsmitteln liegt weltweit bei ca. 750.000 t pro Jahr, wobei der weitaus größte Anteil dieser 25 Menge von anorganischen Stoffen wie eben Kieselgur, Perlite oder Bentonit gestellt wird. Von dieser Gesamtmenge werden weltweit etwa 250.000 t bis 300.000 t pro Jahr von der Getränkeindustrie verbraucht, zum großen Teil von Brauereien, aber auch von Herstellern von Wein und Fruchtsäften.

Der Anteil von Filterhilfsmitteln, die auf organischen, 30 nachwachsenden Rohstoffen basieren (Cellulose, Holzfaserstoffe etc.) beläuft sich bislang nur auf ca. 20.000 t pro Jahr, obwohl deren Verwendung im Vergleich zu anorganischen Filterhilfsmitteln zahlreiche Vorteile bietet.

35 So handelt es sich bei den organischen Filterhilfsmitteln um natürliche Materialien, deren Qualität nur in geringen Grenzen schwankt und deren Vorkommen in regelmäßigen Abständen

30

erneuert werden kann. Zudem birgt die Verwendung von organischen Filterhilfsmitteln weder gesundheitliche Risiken noch schädliche Auswirkungen für Umwelt und Natur. Pumpen und Förderelemente der Filtrationsanlagen werden aufgrund des nichtabrasiven Verhaltens bestmöglich geschont. Schließlich lassen sich die verbrauchten Filterkuchen beispielsweise über Landwirtschaft, Kompostierung oder Viehverfütterung relativ leicht entsorgen.

Allerdings sind die organischen Filterhilfsmittel zum Teil 10 um ein Mehrfaches teurer als Kieselgur oder sie besitzen Filtrationseigenschaften, die denen der Kieselgur nicht in vollem Maß entsprechen.

Aus diesem Grund haben sich organische Filterhilfsmittel bisher gegen Kieselgur nicht in Szene setzen können bzw. sind allenfalls zusammen mit Kieselgur verwendet worden (Aufsatz von J. Speckner "Cellulose als Filterhilfsmittel" in Z. "Brauwelt", Jahrgang 124 (1984), Heft 46, Seiten 2058 bis 2066, insbesondere Seite 2062, linke Spalte oben).

Kieselgur erweist sich jedoch in zunehmendem Maße als problematisch. Als mineralischer Naturstoff ist sie in ihrem Vorkommen begrenzt. Inzwischen muß bei Kieselgur mehr und mehr auf minderwertige Qualitäten zurückgegriffen werden, um dem hohen Bedarf der Industrie gerecht zu werden. Dies führt jedoch zu steigenden Aufwendungen für die Reinigung und Verarbeitung der Kieselgur, die langfristig deren wirtschaftliche Situation negativ beeinflussen könnte.

Von noch größerem Einfluß ist aber die Tatsache, daß die Anwender gegenüber der Kieselgur eine zunehmend kritische Haltung einnehmen.

Dies ist auf die Lungengängigkeit vieler natürlicher Mineralstoffe und auch der Kieselgur zurückzuführen, die aus arbeitsmedizinischer Sicht sehr ernst zu nehmen ist. Die World Health Organisation (WHO) stufte Kieselgur 1988 nach Tierversuchsreihen als kanzerogenen Stoff ein. Für die Handhabung gelten strenge Vorschriften, die in Deutschland mehr und mehr beachtet und durchgesetzt werden.

Ein weiterer Aspekt besteht darin, daß die Entsorgung der

WO 98/40149 PCT/DE98/00630

4

Kieselgur in Industrieländern zunehmend kritischer wird. Eine Einstufung als Sondermüll erschwert die Deponierung erheblich. Mit der Einführung der neuen TA Siedlungsabfall verschärft sich die Entsorgungssituation für Kieselgur weiter. In vielen Fällen 5 verursacht die Entsorgung von als Filterhilfsmittel gebrauchter Kieselgur bereits Kosten von ca. 600,00 DM pro t Kieselgur, wenn diese in der Bierfiltration eingesetzt wurde bzw. 1500,00 pro t Kieselgur, wenn diese bei der technischen Filtration von Problemstoffen verwendet wurde.

Ausgehend von diesen drängenden Problemen insbesondere 10 auch auf dem Gebiet der Bierfiltration liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein wirksames und wirtschaflich bereitstellbares Filterhilfsmittel zu entwickeln.

Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

15

20

Es sollen sensorisch, also farblich, geruchlich und/oder geschmacklich wirksame Stoffe vor dem Einsatz als Filterhilfsmittel in ausreichendem Maß aus dem Filterhilfsmittel entfernt werden, so daß keiner dieser Stoffe in nennenswertem Umfang in das Filtrat übergehen und dessen sensorische Eigenschaften beeinträchtigen kann. Die Partikel werden gewissermaßen sensorisch ausreichend neutralisiert, um als Filterhilfsmittel dienen zu können. Dabei ist wesentlich, daß die Behandlung nur gerade soweit getrieben wird, wie es für diesen Zweck erforderlich ist. Der Energie- und Chemikalieneinsatz bleibt in 25 einem vertretbaren Rahmen, sodaß das Produkt wirtschaftlich mit Kieselgur konkurrieren kann. Die Einwirkung ist also nicht so durchgreifend, wie es bei der Herstellung von Cellulose aus Holzfasern der Fall ist. Überraschend wurde gefunden, daß durch 30 eine Flüssigkeitsbehandlung eine ausreichende Neutralisierung der Partikel in sensorischer Hinsicht erreicht werden kann, ohne daß es gleichzeitig anzuwendender hoher Drücke und Temperaturen, großer Mengen scharfer Chemikalien und vielstündiger bis tagelanger Behandlungszeiten bedarf. Durch die Erfindung 35 wird unter einem Aspekt den Pflanzenfaserstoffen ein erweitertes Anwendungsgebiet eröffnet, ohne daß es des Aufwandes wie bei der Celluloseherstellung bedarf.

WO 98/40149 PCT/DE98/00630

5

Ausgangspunkt und bevorzugtes Anwendungsgebiet für die Erfindung ist zwar die Bier- und Getränkefiltration, wo es um die Schaffung eines Kieselgurersatzstoffes geht, doch ist die Erfindung nicht auf diesen Anwendungsbereich beschränkt.

Bei der bevorzugten Ausführungsform des Erfindungsgedankens umfassen die Partikel Holzpartikel (Anspruch 2), z.B. Holzfasern (Anspruch 3) oder insbesondere Holzzerkleinerungsreste (Anspruch 4), also z.B. Sägemehl, Schleifmehl, Holzspäne, Hackspäne, Fräsabfall, Splitterholz und dergleichen.

5

10

Es kommen aber auch Baumwolle, Stroh, Hanf, Flachs, Bast, Gräser als Ausgangsmaterial in Betracht, ebenso cellulosehaltige Sekundärrohstoffe wie Altpapier und Papierabfälle.

Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel der Erfindung sind die Partikel mit verdünnter Lauge behandelt worden (Anspruch 5). Es ist jedoch eine Behandlung mit verdünnter Säure (Anspruch 6), mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel (Anspruch 7) oder auch nur mit Wasser (Anspruch 8) nicht ausgeschlossen, wobei nach den bekannten Regeln längere Einwirkungsdauer und höhere Temperatur das geringere Lösungsvermögen auszugleichen haben.

Die aus Holzpartikeln hergestellten Partikel des Filterhilfsmittels sollen tatsächlich noch Holzcharakter haben, d.h.
es soll nicht praktisch quantitativ das Lignin aus dem Rohstoff
Holz herausgelöst worden sein, wie es bei der Celluloseherstellung im Sulfit- oder Sulfatverfahren durch vielstündige Behandlung unter erhöhtem Druck bei weit über 100°C liegenden Temperaturen geschieht.

Die Behandlungszeit bei der Erfindung kann insbesondere bei der Laugenbehandlung relativ kurz sein, z.B. unter zwei 30 Stunden betragen, so daß sie sich um fast eine Größenordnung von der Behandlungszeit bei der Celluloseherstellung unterscheidet. Das Ziel ist die Entfernung nur der Anteile des Holzes, die im Hinblick auf den Verwendungszweck als Filterhilfsmittel unerwünscht sind, d.h. geschmackliche, geruchliche und/oder farbliche Wirkungen im Filtrat ausüben. Es handelt sich hierbei nicht in erster Linie um Lignin, sondern um Verbindungen wie etherische Öle, Terpenöle und Terpenoide, Gerbsäuren,

WO 98/40149 PCT/DE98/00630

6

Fette und Wachse, phenolische Substanzen (Lignane, Phenylpropane, Cumarin) Stilbene, Flavonoide und dergleichen, die eine Menge von ca 4 bis 5 Gewichtsprozent des trockenen Holzes ausmachen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verbindungen durch eine Behandlung mit verdünnten Laugen oder Säuren schon bei Umgebungstemperaturen unter Atmosphärendruck so weit aus dem Holz herausgelöst oder aber unwirksam gemacht werden können, daß die behandelten Holzpartikel für die praktische Verwendung als Filterhilfsmittel sensorisch hinreichend neutral sind. Es kommt nicht darauf an, daß bei einer scharfen Analyse keinerlei Rückstände der unerwünschten Art mehr festzustellen sind, sondern daß z.B. ein mit dem Filterhilfsmittel gefiltertes Medium bei der sensorischen Prüfung keinen Holzgeschmack oder Holzduft und keine braune Verfärbung erkennen läßt.

Gerade bei Holzpartikeln als Ausgangsprodukt kann das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel besonders wirtschaftlich bereitgestellt werden. Die Kosten dürften in der gleichen Größenordnung wie die Kosten für Kieselgur liegen, aber nur etwa ein Drittel der Kosten für Cellulosepulver betragen.

Es scheint auch so zu sein, daß die erfindungsgemäß behandelten Partikel eine oberflächlich zusätzlich aufgerauhte bzw. zerklüftete Struktur erhalten, die die Filtereigenschaften vorteilhaft beeinflußt.

Die Behandlung kann relativ zu den Behandlungsdauern der 25 Zellstoffherstellung kurzzeitig sein.

Die Mahlung bestimmt weitgehend die Filtrationseigenschaften. Bei feiner Mahlung ist in der Regel die Permeabilität der Filterschicht geringer. Durch die Mahlung (Mikronisierung, Fibrillierung) wird zudem die Partikelform beeinflußt, die 30 wiederum den noch zu erläuternden Wasserwert als Maß für die Durchlässigkeit der Filterschicht verändert. Bei fasrigen Celluloseprodukten können diese z.B. mehr oder weniger fibrilliert sein. Die Mahlung kann auch in mehreren Schritten erfolgen, indem sich einer ersten Mahlung zur Herstellung der Partikel eine weitere Mahlung nach der Behandlung und vor oder nach der Trocknung anschließt.

Gemäß Anspruch 9 kann das Filterhilfsmittel im wesentli-

chen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthalten, also im wesentlichen einheitlich zusammengesetzt sein.

Es ist aber gemäß Anspruch 10 auch möglich, daß das Fil-5 terhilfsmittel mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält, um die Filtrationseigenschaften den Erfordernissen entsprechend einstellen zu können.

Unter dem gleichen Aspekt kann das Filterhilfsmittel min10 destens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte
Anteile der Partikel (Anspruch 11) und/oder mindestens zwei aus
unterschiedlichen Ausgangsmaterialien (Pflanzenfasern) hergestellte Partikel enthalten (Anspruch 12).

Das Filterhilfmittel kann auch andere, die Filtrations-15 eigenschaften nicht beeinflussende Anteile enthalten (Anspruch 13).

Es kann auch eine Mischung mit anderen, d.h. nicht aus Pflanzenfasern bestehenden filteraktiven Anteilen sein (Anspruch 14), auch mit mineralischen Anteilen (Anspruch 15), namentlich mit Kieselgur (Anspruch 16), was die Wirkung hätte, den Kieselguranteil und die damit einhergehenden eingangs erwähnten Probleme zu reduzieren.

Es kommen aber als zusätzliche Bestandteile auch andere mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, in Be25 tracht (Anspruch 17).

Gemäß Anspruch 18 soll die größte mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittel unterhalb 3,0 mm liegen.

Bei faserförmigen Partikeln hingegen soll der mittlere 30 Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegen.

Da die Partikel durch Mahlung hergestellt sind, haben sie keine scharfe Größe, sondern eine Größenverteilung etwa nach einer Gauß'schen Kurve. Die Lage des Maximums dieser Kurve sei hier als größte Partikelabmessung verstanden.

35 Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann zur Bildung von Anschwemm-Filterschichten in der gleichen Weise eingesetzt werden, wie es bisher bei den mineralischen Filterhilfsmitteln WO 98/40149 PCT/DE98/00630

8

der Fall war.

35

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Verfahren gemäß Anspruch 20 zur Herstellung des Filterhilfsmittels, bei dem die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

Ein in Betracht kommender Temperaturbereich bei der Behandlung der Partikel ist der Bereich der Umgebungstemperatur, der zwar keinen Heizenergieaufwand, dafür aber längere Behandlungszeiten erfordert (Anspruch 21).

10 Ein weiterer praktikabler Bereich mit kürzeren Behandlungszeiten ist 50-130 °C (Anspruch 22).

Ein wichtiges Verfahrensmerkmal bei der Behandlung der Partikel ist jedoch, daβ die Behandlung auch bei Temperaturen unterhalb 100 °C und gleichzeitig bei Atmosphärendruck statt15 finden kann (Anspruch 23), was die für die Herstellung des Filterhilfsmittel benötigte Anlage wesentlich vereinfacht.

Bei der bevorzugten Arbeitsweise nach Anspruch 24 wird als Behandlungsmittel verdünnte Lauge verwendet.

Es kann gemäß Anspruch 25 bei Atmosphärendruck im Tempera20 turbereich von 70 bis 90 °C gearbeitet werden, was eine gegenüber der Umgebungstemperatur deutlich erhöhte, jedoch unter dem
Siedepunkt liegende Temperatur bedeutet und den Einsatz von
Druckgefäßen erübrigt. Dies führt mit einem Minimum an apparativem und energetischem Aufwand zu einem brauchbaren Filter25 hilfsmittel.

"Verdünnte Lauge" soll eine wäßrige Lösung mit einem Anteil von 2 bis 10 Gew.- % der trockenen Lauge, bezogen auf den Feststoffgehalt, bedeuten (Anspruch 26).

Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird 30 Natronlauge verwendet (Anspruch 27).

Die Einwirkungsdauer hängt abgesehen von Druck und Temperatur vom Lösungsvermögen der Behandlungsflüssigkeit für die unerwünschten Inhaltsstoffe ab und wird bei Wasser als Behandlungsflüssigkeit relativ am längsten sein. Bei verdünnter Lauge als Behandlungsflüssigkeit kommen auch keine Einwirkungsdauern im Sekundenbereich in Betracht, sondern solche, die im Vergleich zu den bei der Celluloseherstellung notwendigen mehr-

stündigen bis tagelangen Einwirkungsdauern kurz sind. Die Einwirkungsdauer ist zum Teil von der Partikelgröße abhängig.

Sie bemißt sich im übrigen danach, daß gerade nur die sensorisch maßgeblichen Stoffe aus den Partikeln, insbesondere den Holzpartikeln entfernt werden sollen. Letzteres Ziel ist erreicht, wenn höchstens 10 Gew.-% atro der Holzinhaltsstoffe entfernt werden (Anspruch 28), während es bei der Celluloseherstellung um die Befreiung von meist mehr als 30 % der Holzinhaltsstoffe geht.

Die Einwirkungsdauer kann bei einer Laugenbehandlung insbesondere zwischen 5 und 120 min. liegen (Anspruch 29).

Die Stoffdichte, d.h. der Gewichtsanteil der Partikel in der verdünnten Lauge kann bei der Behandlung 5 bis 25 % betragen (Anspruch 30).

Die Partikel können nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden (Anspruch 31).

Die Partikelgröße (Maximum der Korngrößenverteilung) kann während der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm betragen (Anspruch 32).

Da bei einer Mahlung in der Naβphase sich die Kornform ändert, eröffnet sich auf diesem Wege eine Möglichkeit, den Wasserwert einzustellen (Anspruch 33).

Im Einzelfall ist es ohne Aufgabe der sensorischen Unbedenklichkeit möglich, die Partikel nach der Laugenbehandlung 25 und dem Trocknen weiterzuzerkleinern (Anspruch 34).

Um im Hinblick auf die Filtereigenschaften eindeutige Verhältnisse zu bekommen, empfiehlt es sich gemäß Anspruch 35, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen zu klassieren.

Die Erfindung verkörpert sich auch in der Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel (Anspruch 36), insbesondere wenn die Partikel nach dem Verfahren der Ansprüche 20 bis 35 behandelt worden sind (Anspruch 37).

Eine in Betracht kommende Verwendung erfolgt insbesondere

in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration (Anspruch 38).

Andere Anwendungsfelder der Erfindung sind die Lebensmittelfiltration (Anspruch 39), also z.B. Zuckerlösungen, Speiseöl, Fett, Gelatine, Zitronensäure, Alginat usw., die Filtration
im Bereich der Chemie (Anspruch 40), also z.B. Chloralkali, im
Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung (Anspruch 41), also z.B. Kühlschmierstoffe, Walzöle,
Schleiföle usw., und im Bereich der Pharmazie und Kosmetik
(Anspruch 42).

2ur Untersuchung der Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Behandlung der Pflanzenfaserpartikel wurden unbehandelte Pflanzenfaserpartikel (Lignocel C 120) mit erfindungsgemäß behandelten Pflanzenfaserpartikeln (Probe Nr. 1; Probe Nr. 2; Probe Nr. 3) verglichen. Die Proben Nr. 1 bis Nr. 3 wurden wie folgt behandelt:

Probe 1: Zur Darstellung der behandelten Pflanzenfaserpartikel wurden in einem Misch- und Aufbereitungsreaktor bei 20°C bis 25°C ohne zusätzliches Temperieren und ohne Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70 - 150 μm), 3700 ml Wasser und 15,8 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retensionszeit betrug mindestens 16 Stunden, der pH-Wert der wässrigen Lauge lag nach 16 Stunden unter 11,3.

Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgenuscht, der vorgetrocknete Naβkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenuscht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 70°C heißem Wasser.

Probe 2 wurde mit heißer Lauge behandelt und kalt nach-35 gewaschen. In einem Misch- und Aufbereitungsreaktor wurde bei Temperaturen über 50°C und unter Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70 - 150 μm), 3700 ml Wasser und weniger als 12 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retensionszeit betrug mindestens 20 Minuten, der pH-Wert der wässrigen Lauge lag bei Versuchsende unter 10,8. Die Natronlauge wurde über einen

5 Kunststoff-Filter abgenuscht, der vorgetrocknete Naβkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgenuscht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 20°C kaltem Wasser.

<u>Probe 3</u> wurde im Technikum hergestellt. Der Feststoffgehalt war mit den Laboransätzen vergleichbar. Es wurde 15 dreimal kalt gewaschen.

Zur Bestimmung der Ausbeute wurde der jeweils entstandene Na $\beta$ kuchen 5 bis 10 mm dünn auf Folie aufgebracht und getrocknet.

20 An diesem Material wurden der Weißgrad und das Schüttgewicht bestimmt.

Die Ausbeute (atro) lag bei mindestens 97 Gew.-%, das heißt höchstens 3 Gew.-% der Bestandteile des eingesetzten Holzfasermehls wurden durch die Laugenbehandlung herausgelöst.

Die sensorische Prüfung erfolgte in einer wässrigen Aufschlämmung, in der 1 g Produkt bei 100 °C in 150 ml Wasser aufgeschlämmt worden war. An dieser Aufschlämmung wurden Geruch und Geschmack geprüft.

Um einen Eindruck zu gewinnen, was in dem unbehandelten 30 Holzpartikelmaterial (Lignocel C 120) einerseits und dem der Laugenbehandlung unterworfenen Holzpartikelmaterial (Proben Nr. 1 - 3) andererseits an extrahierbaren Stoffen noch enthalten ist, wurden die Materialien einer Extraktion in einer Soxlethapparatur unterworfen. Die Menge der in den Materialien enthaltenen noch extrahierbaren Inhaltsstoffe sind ein Maß für die Eignung der Materialien als Filterhilfsmittel für sensorisch anspruchsvolle Filtrationen.

12

Bei der Extraktion in der Soxlethapparatur wurden 5 g des auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrockneten Produkts 5 Stunden mit 250 ml Ethanol/Wasser (1:1) extrahiert und der Extraktgehalt gravimetrisch bestimmt.

Mit dem auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrocknetem Material wurde schließlich nach einer Arbeitsvorschrift der Firma Schenk eine Versuchsfiltration bei 20°C durchgeführt, bei der die Naβkuchenhöhe, der Darcy-Wert, das Schwemmverhalten und der Wasserwert bestimmt wurden.

5

30

10 Die Ergebnisse der Versuche sind in der beigefügten Tabelle zusammengefaßt.

Die Beurteilung im sensorischen Bereich erfolgt nach Wertezahlen. O bedeutet gut, 10 bedeutet schlecht.

Es ist in der Tabelle zu sehen, daß das unbehandelte Mate15 rial im Hinblick auf den Geruch einen Wert 8 aufweist, der
wesentlich schlechter ist als die Werte der behandelten Proben
Nr. 1 - 3.

Dasselbe gilt für den Geschmack, der bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 maximal schlecht zu beurteilen war.

Ein wichtiger Punkt ist die Extraktmenge. Bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 ließen sich noch 3,37% extrahieren, während die entsprechenden Werte der behandelten Produkte um 1,0% liegen. Das bedeutet, daß durch die relativ milde Laugenbehandlung ein erheblicher Teil der extrahierbaren und beim Einsatz des Produkts als Filterhilfsmittel unter Umständen störenden Inhaltsstoffe bereits herausgelöst worden sind.

Durch die Laugenbehandlung des Produktes und die anschließenden Waschvorgänge läßt sich in eienem gewissen Umfang Einfluß auf den Wasserwert nehmen, der ein Maß für die Durchlässigkeit des Filterhilfsmittels ist. Die Bestimmung des Wasserwertes erfolgt mit einem Labordruckfilter (Durchmesser 50 mm) und einem Wasserhochbehälter mit Niveauregelung. Zwischen dem Niveau des Wassers im Wasserhochbehälter und dem Filterboden ist eine Differenz von 2 m einzuhalten.

35 Der Laborfilter wird mit einer angefeuchteten durchlässigen Celluloseschicht (Schenk D-Schicht mit der Siebseite nach unten) versehen und verschlossen. Anschließend werden 25 g

13

Filterhilfsmittel in 200 bis 300 ml reinem Wasser aufgeschlämmt und vollständig in den Laborfilter überführt. Der Laborfilter wird an den Wasserhochbehälter angeschlossen und entlüftet. Nach einer Minute werden 500 ml Wasser abfiltriert und anschließend die Zeit für die nächsten 100 ml Filtrat gestoppt. Der Wasserwert ergibt sich aus der gestoppten Zeit wie folgt:

 $\frac{10}{\text{Wasserwert}} = \frac{480}{\text{Zeit in Minuten}}$ 

15

20

25

Wenn sich hierbei ein Wasserwert kleiner 150 ergibt, erfolgt die Bestimmung wie oben, jedoch unter Anwendung von nur

4 g Filterhilfsmittel. Dann ergibt sich

Wasserwert = . 76.8
Zeit in Minuten.

Je kleiner also die Zeit ist, die eine bestimmte Wassermenge zum Durchströmen der Filterschicht benötigt, desto größer ist der Wasserwert.

۰,

min.1/25g Wasser-Wert 1098 1010 1125 770 verhalten Anströmgut gut gut gut Darcy -Wert 5,3 7,3 7,8 kuchen**mm/25g** hobe Naß-78 79 83 82 gewicht Schuttg/dm3 n.b. 128 125 131 Weiße 56,4 34,2 34,1 36,8 ~ Extrakt 3,37 0,93 1,04 0,98 ~ (gelb) Parbe 1-2 (farb-los) (farb-los) 2-3 (fast farb-los) Trubung 1 (fast klar) (klar) (klar) (klar) Geschmack (neutral) (bitter) (mild) 2-3 (mild) 2-3 10 Geruch 8 **Feuchte** -gehalt Gew. - 1 0,6 3,5 5,3 7,5 Referenza Lignocel Produkt C 120 Probe Nr. 2 Probe Nr. 1 Probe Nr. 3

ERSATZBLATT (REGEL 26)

TABELLE

## Patentansprüche:

- 1. Filterhilfsmittel welches kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksame Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.
- 2. Filterhilfsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzpartikel umfassen.
- 3. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzfasern umfassen.
- 4. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzzerkleinerungsreste umfassen.
- 5. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind.
- 6. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einer verdünnten Säure unterzogen worden sind.

worden sind.

7. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel unterzogen

- 8. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit Wasser unterzogen worden sind.
- 9. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größenverteilung und Vorbehandlung enthält.
- 10. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
- 11. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei auf unterschied-liche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
- 12. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, da $\beta$  es Anteile aus mindestens zwei unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellten Partikel enthält.
- 13. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß es andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende organische oder anorganische Anteile enthält.
- 14. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, da $\beta$  es andere filteraktive Anteile enthält.

- 15. Fiterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß es andere mineralische Anteile enthält.
- 16. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daβ es Kieselgur enthält.
- 17. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, da $\beta$  es Perlite enthält.
- 18. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 3,0 mm liegt.
- 19. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß bei faserförmigen Partikeln der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegt.
- 20. Verfahren zur Herstellung des Filterhilfsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.
- 21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennezeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung im Bereich der Umgebungstemperatur liegt.
- 22. Verfahren nach Anspruch 20 oder 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung 50-130 °C beträgt.
- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daβ die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung unter 100 °C liegt und die Behandlung unter Atmosphärendruck erfolgt.

PCT/DE98/00630

24. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit verdünnter Lauge erfolgt.

- 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daβ die Temperatur der Lauge während der Behandlung 70 bis 90 °C beträgt.
- 26. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der verdünnten Lauge 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt beträgt.
- 27. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß als Lauge Natronlauge verwendet wird.
- 28. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer so bemessen wird, daß höchstens 10 Gew.-% atro der Holzinhaltsstoffe entfernt werden.
- 29. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungsdauer 5 bis 120 min beträgt.
- 30. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffdichte bei der Behandlung 5 bis 25% beträgt.
- 31. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden.
- 32. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 31, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikelgröße bei der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm beträgt.
- 33. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine Beeinflussung der Mahlung in der Naßphase (Refiner) der Wasserwert eingestellt wird.

- 34. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 33, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und vor dem Trocknen, gleichzeitig mit dem Trocknen oder nach dem Trocknen weiter zerkleinert werden.
- 35. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 34, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und dem Trocknen klassiert werden.
- 36. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksame Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel.
- 37. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die nach einem der Ansprüche 20 bis 35 hergestellt sind, als Filterhilfsmittel.
- 38. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration.
- 39. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 in der Lebensmittelfiltration.
- 40. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 im Bereich der Reinigung von Flüssigkeiten in der Chemie.
- 41. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung.
- 42. Die Verwendung nach Anspruch 26 oder 37 im Bereich der Pharmazie und Kosmetik.

-			
			ν
			<b>▼</b>
	•		
			-
			•
			÷,

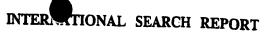
Internation .pplication No PCT/DE 98/00630

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 6 B01D39/04 C12H C12H1/07 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC **B. FIELDS SEARCHED** Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 B01D C12H Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. χ FR 534 288 A (A.PANSERA) 23 March 1922 1-4,6,9,20,21, 23,36-39 see the whole document Α FR 1 602 293 A (A.O.DEL GAMBA) 11 December 1-4,38,see the whole document Α PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 1-4,9, vol. 17, no. 388, 21 July 1993 & JP 05 068878 A (KOICHI ARAI ET AL.), 23 18, 19, 40 March 1993 see abstract -/--Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex. Special categories of cited documents: "T" later document published after the international filing date "A" document defining the general state of the art which is not or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the considered to be of particular relevance invention earlier document but published on or after the international "X" document of particular relevance; the claimed invention filing date cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publicationdate of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu-"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or ments, such combination being obvious to a person skilled in the art. document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of the actual completion of theinternational search Date of mailing of the international search report 7 July 1998 28/07/1998 Name and mailing address of the ISA Authorized officer European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Bertram, H Fax: (+31-70) 340-3016

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internation pplication No PCT/DE 98/00630

		PCT/DE 98/00630	
	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category -	Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim	No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 5, no. 89 (C-58) '761! , 10 June 1981 & JP 56 033018 A (TAKEDAYAKUUUHIN KOGYO K.K.), 3 April 1981 see abstract	1,4, 10-12, 38,40,	42
<b>\</b>	DE 29 15 677 A (DAICEL LTD.) 6 November 1980 see page 3 - page 6	1	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1, no. 29 (C-76) '1668! , 28 March 1977 & JP 51 151269 A (KOGI KENKYUSHO K.K.), 25 December 1976 see abstract	1,2,5, 24,36, 37,40	6,



Information on patent family members

Internation pplication No PCT/DE 98/00630

t	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
Α	23-03-1922	NONE	
A	02-11-1970	US 3563156 A	16-02-1971
A	06-11-1980	NONE	
	A	A 23-03-1922 A 02-11-1970	A 23-03-1922 NONE A 02-11-1970 US 3563156 A

-		
		نغ
		•
		i
		<b>&gt;</b> ₁



Internation ; Aktenzeichen

PCT/DE 98/00630 A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 B01D39/04 C12H1/07 C12H1/07 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK **B. RECHERCHIERTE GEBIETE** Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 6 B01D C12H Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Kategorie<sup>3</sup> Betr. Anspruch Nr. X FR 534 288 A (A.PANSERA) 23. März 1922 1-4,6,9,20.21, 23.36-39 siehe das ganze Dokument Α FR 1 602 293 A (A.O.DEL GAMBA) 11. 1-4,38,Dezember 1970 ŝŝ siehe das ganze Dokument Α PATENT ABSTRACTS OF JAPAN 1-4,9, vol. 17, no. 388, 21. Juli 1993 18,19,40 & JP 05 068878 A (KOICHI ARAI ET AL.), 23. März 1993 siehe Zusammenfassung Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu Siehe Anhang Patentfamilie \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen T" Spätere Veröffentlichung, die nach deminternationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erlindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden " erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie kann nicht als auf erlinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung miteiner oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 7. Juli 1998 28/07/1998 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Bevollmächtigter Bediensteter Europaisches Patentamt, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Bertram, H Fax: (+31-70) 340-3016

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT



Internation : Aktenzeichen PCT/DE 98/00630

	PC1/(	DE 98/00630
	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 5, no. 89 (C-58) '761! , 10. Juni 1981 & JP 56 033018 A (TAKEDAYAKUUUHIN KOGYO K.K.), 3. April 1981 siehe Zusammenfassung	1,4, 10-12, 38,40,42
A	DE 29 15 677 A (DAICEL LTD.) 6. November 1980 siehe Seite 3 - Seite 6	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1, no. 29 (C-76) '1668! , 28. März 1977 & JP 51 151269 A (KOGI KENKYUSHO K.K.), 25. Dezember 1976 siehe Zusammenfassung	1,2,5,6, 24,36, 37,40
	·	



Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internation Aktenzeichen PCT/DE 98/00630

Im Recherchenberici Ingeführtes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentlamilie	Datum der Veröffentlichung
FR 534288	Α	23-03-1922	KEINE	1
FR 1602293	Α	02-11-1970	US 3563156 A	16-02-1971
DE 2915677	Α	06-11-1980	KEINE	***************************************